

BIDRAG TILL KÄNNEDOMEN OM

SULFONGLYCINERNA.

AKADEMISK AFHANDLING,
SOM
MED VEDERBÖRLIGT TILLSTÅND
FÖR ERHÅLLANDE AF FILOSOFISK DOKTORSGRAD VID LUNDS UNIVERSITET
TILL OFFENTLIG GRANSKNING FRAMSTÄLLES
Å KEMISKA LÄROSALEN FREDAGEN DEN 25 MAJ 1894 KL. 10 F. M.

AF
L. FR. ROSENGREN,
FILOSOFIE LICENTIAT, SM.

(AFTRYCK UR KONGL. FYSIOGRAFISKA SÄLLSKAPETS I LUND HANDLINGAR, B. 5.)

LUND 1894.
E. MALMSTRÖMS BOKTRYCKERI.

Fenylsulfonkloridens betydelse såsom medel att vid närvaro af alkali skilja emellan primära, sekundära och tertiära aminbaser har blifvit påvisad af HINSBERG ¹⁾.

På tertiära aminbaser är fenylsulfonkloriden vid närvaro af alkali utan inverkan. Sekundära aminbaser gifva vid liknande behandling fasta eller oljiga fenylsulfonamider, olösliga i alkali och syror. Primära aminbaser gifva sulfonamider, som lätt lösas i alkali, då vätet i imidgruppen genom fenylsulfongruppens närhet får starkt sura egenskaper.

Syreamider samt haloid- och nitroderivat af aminbaser reagera ej med fenylsulfonklorid.

Däremot har professor BLOMSTRAND iakttagit att aromatiska sulfonklorider vid närvaro af alkali med lätthet reagera med amidosyror. Med anledning häraf har IHRFELT framställt och beskrifvit benzolsulfonglycin ²⁾. HEDIN ³⁾ har kondenserat benzolsulfonklorid med andra amidosyror såsom alanin, leucin m. fl. G. WALLIN ⁴⁾ har undersökt toluolsulfonglyciner.

Hvad sulfonglycinerna beträffa, ligger en jämförelse emellan dessa och den analogt sammansatta hippursyran nära till hands.

De i denna riktning gjorda undersökningarne ha visat, att sulfonglycinerna i sina reaktioner äro mycket afvikande från hippursyran. Af salpetersyrlighet öfverföres den senare till benzoylglykollsyra och kokad med conc. klorvätesyra sönderfaller den i glykokoll och benzoesyra. IHRFELT har, hvad benzolsulfonglycinen beträffar, påvisat, att den med salpetersyrlighet gifver ett nitrosoderivat med imidvätet utbytt mot nitrosyl, och att den vid kokning med conc. klorvätesyra visar stor beständighet. WALLIN har i sin afhandling om toluolsulfonglycin fortsatt jämförelsen med hippursyran. Äfven af den framgår, att sulfurylen i sulfonglycinerna är vida kraftigare bunden vid qväfvet än karbonylen i benzoylglycinen. Behandlas den senare med kaliumpermanganat, bortgår ammoniak. Af klor i en afkyld alkalisk lösning öfverföres den till benzoylglykollsyra. Toluolsulfonglycin gifver i båda dessa fall toluolsulfonamid.

¹⁾ Ber. 1890 (23) s. 2963.

²⁾ Några nya substitutionsderivat af glykokoll. Lund 1888.

³⁾ Ber. 1890 (23) s. 3196.

⁴⁾ Om Toluolsulfonglycin. Lunds Univ. Årsskrift. Tom. XXVIII.

Med rykande salpetersyra erhålles af såväl hippursyran som toluolsulfonglycin nitroderivat.

Uppvärmes hippursyran med benzaldehyd vid närvaro af acetanhydrid, erhålles en anhydrid af benzoylimidokannelsyran ¹⁾. WALLIN har underkastat toluolsulfonglycinen en liknande behandling, men har härvid funnit, att benzaldehyden alls icke deltagit i reaktionen, utan att det i stället i ringa mängd bildats ett piazinderivat, som han äfven erhållit såsom biprodukt vid syntheses af toluolsulfonglycinen.

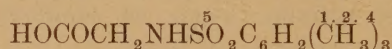
Professor BLOMSTRAND har godhetsfullt öfverlämnat åt mig att fortsätta undersökningen af sulfonglycinerna och har härvid hufvudsakligen pseudocumolsulfonglycin utgjort undersökningsmaterialet. Af disulfondiglyciner hafva metabenzoldisulfondiglycin och toluoldisulfondiglycin blifvit framställda.

Med den kännedom, man har om fenylsulfonkloridens förhållande till aminbaser, där en väteatom är ersatt af en syreradikal eller annan starkt negativ grupp, var det på förhand antagligt, att imidvätet i sulfonglycinerna icke skulle låta utbyta sig mot de starkt negativa haloiderna. Med klor och brom erhålles också klor- och bromsubstituerad pseudocumolsulfonglycin, där klor och brom ingå såsom substituenten för väte i benzolringen.

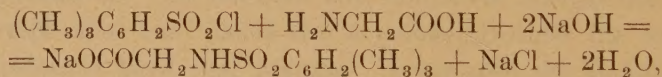
Däremot har det visat sig, att imidvätet kan utbytas mot svagare syreradikaler såsom nitrosyl och acetyl.

Vid behandling med rykande salpetersyra eller kaliumpermanganat har pseudocumolsulfonglycin sönderdelats så, att ättiksyredelen afspaltats och i förra fallet bildats ett nitroderivat af pseudocumolsulfonamid, i senare en sulfonaminxylylsyra.

Pseudocumolsulfonglycin



Sättes en lösning af glykokoll och natronhydrat till pseudocumolsulfonklorid efter följande reaktionsformel:



inträder genast reaktion under lindrig värmeutveckling och efter några timmar är pseudocumolsulfonkloriden löst. För påskyndande af reaktionen kan man också uppvärma på vattenbad. I stället för glykokoll har äfven användts glycinklorid, men i så fall har vid reaktionen beräknats 3 mol. natronhydrat. Användes kalihydrat, går reaktionen fortare. I hvarje fall har under reaktionen bildats i ringa mängd en flockig fällning, olöslig i alkali.

IHRFELT och WALLIN erhöllo vid sina syntheses af benzolsulfonglycin och toluolsulfonglycin olösliga rester af sulfobenzid och sulfotoluid, emedan de utgingo från härmed förorenade sulfonklorider. IHRFELT antog också utan vidare den vid framställningen af benzolsulfonglycin erhållna, olösliga resten uteslutande bestå af sulfobenzid. WALLIN underkastade emellertid den förening, han under liknande

¹⁾ Ber. 1883 (16) s. 2815.

förhållande erhöill vid framställningen af toluolsulfonglycin en närmare undersökning och fann, att den utom sulfotoluid innehöll ett piazinderivat.

Då nu vid framställningen af pseudocumolsulfonglycin användts ren sulfonklorid och det äfven härvid bildats en dylik olöslig förening, skulle denna kunnat väntas uteslutande bestå af ett piazinderivat, motsvarande det af WALLIN beskrifna. Den är olöslig i vanliga lösningsmedel, löses ganska svårt i kokande conc. ättiksyra, kristalliseras härur i fina nålar. På grund af otillräckligt materiel har den dock ej kunnat närmare undersökas. Vid analys har för kol och qväfve erhållits något lägre procenttal än som beräknats för ett piazinderivat.

Ur den vid reaktionen erhållna saltlösningen af syran har denna fällts med klorvätesyra, då hon utfallit som en olja, som stelnat och afskilts för omkristallisering.

Analys:

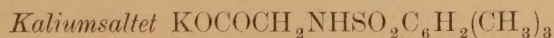
1) 0,346 gr af syran gaf vid förbränning med blykromat och syrgas 0,65 gr CO_2 och 0,1825 gr H_2O motsv. 0,17727 gr C och 0,02027 gr H.

2) 0,364 gr af syran gaf vid svafvelbestämning enligt KLASONS metod 0,3075 gr BaSO_4 motsv. 0,04223 gr S.

3) 0,5155 gr af syran gaf vid qväfvebestämning enligt DUMAS' metod 22,8 cc N vid 766 mm barometerstånd och 14°C . motsv. 0,02704 gr N.

I procent:			Beräknadt			I	II	III
C_{11}	—	132	—	51,36	—	51,23		
H_{15}	—	15	—	5,83	—	5,85		
N	—	14	—	5,44	—	—	—	5,24
S	—	32	—	12,45	—	—	11,60	
O_4	—	64	—	24,92	—			
257			—	100,00				

Pseudocumolsulfonglycinen är tämligen svårlöslig i vatten, hvari den vid kokning smälter förr än den löses. Den är lättlöslig i alkohol och eter. Ur vattenlösning kristalliserar den i långa nålar. Smältpunkt 125°C . Den är mycket beständig, tål kokning under vanliga förhållanden med såväl conc. klorvätesyra som kali utan att sönderdelas.



framställt genom att neutralisera syran med kaliumkarbonat, kristalliserar lätt i rhombiska taflor, är ganska lättlösligt.

Analys:

0,718 gr af saltet förändrades ej i vikt vid 150°C . gaf efter glödgning och afrykning med H_2SO_4 0,2125 gr K_2SO_4 motsv. 0,09539 gr. K

I procent:			Beräknadt.			Funnet.		
$\text{C}_{11}\text{H}_{14}\text{SNO}_4$	—	256						
K	—	39,1	—	13,24	—	13,28		
295,1								

Natriumsaltet $\text{NaOCOCH}_2\text{NHSO}_2\text{C}_6\text{H}_2(\text{CH}_3)_3$

är mycket lösligt i vatten, hvarur det med svårighet erhålles kristalliniskt. Ur alkohol kristalliserar det i fina nålar.

Analys:

0,291 gr af saltet förändrades ej i vikt vid 150°C ., gaf efter glödning och afrykning med H_2SO_4 0,0775 gr Na_2SO_4 motsv. 0,0251 gr Na

I procent:			Beräknadt.		Funnet.	
$\text{C}_{11}\text{H}_{14}\text{SNO}_4$	—	256				
Na	—	23	—	8,24	—	8,62
		279				

Ammoniumsaltet $\text{H}_4\text{NOCOCH}_2\text{NHSO}_2\text{C}_6\text{H}_2(\text{CH}_3)_3$

har framställts genom att lösa syran i ammoniak, då efter lösningens frivilliga afdunstning mycket små, otydliga kristaller afsatte sig. Saltet är mycket lösligt i vatten, något mindre lösligt i alkohol, hvarur det kristalliserar i rektangulära taflor.

Analys:

0,293 gr af saltet gaf vid qväfvebestämning enligt DUMAS' metod 26 cc N vid 752 mm barometerstånd och 16°C . motsv. 0,02998 gr N.

I procent:			Beräknadt.		Funnet.	
$\text{C}_{11}\text{H}_{18}\text{SO}_4$	—	246				
N_2	—	28	—	10,21	—	10,23
		274				

Kalciumsaltet $\text{Ca}(\text{OCOCH}_2\text{NHSO}_2\text{C}_6\text{H}_2(\text{CH}_3)_3)_2 + 1\frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$

har framställts genom att till en lösning af syran sätta kalciumkarbonat i öfverskott. Ur koncentrerad lösning kristalliserar det i tufformigt anordnade nålar.

Analys:

0,1425 gr af saltet afgaf vid 120°C . 0,0065 gr H_2O . Återstoden 0,136 gr gaf efter glödning och afrykning med H_2SO_4 0,0335 gr CaSO_4 motsv. 0,00985 gr Ca.

$\text{C}_{22}\text{H}_{28}\text{S}_2\text{N}_2\text{O}_8$	—	512				
Ca	—	40	—	7,24	—	7,24
		552				
$1\frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$	—	27	—	4,66	—	4,56
		579				

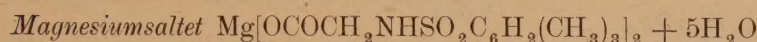
Bariumsaltet $\text{Ba}[\text{OCOCH}_2\text{NHSO}_2\text{C}_6\text{H}_2(\text{CH}_3)_3]_2$

utfaller vid tillsats af klorbariumlösning till en lösning af syran såsom mycket små rektangulära taflor, är mycket svårlösligt i vatten.

Analys:

0,2485 gr af saltet förändrades ej i vikt vid 150°C ., gaf efter glödning och afrykning med H_2SO_4 0,0905 gr BaSO_4 motsv. 0,0532 gr Ba.

I procent:		Beräknadt.		Funnet.	
$C_{22}H_{28}S_2N_2O_8$	— 512				
Ba	— 137	— 21,10	—	21,41	
	649				

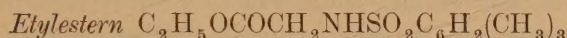


kristaller fjäderformiga, lätt lösliga.

Analys:

0,219 gr af saltet förlorade i vikt vid $120^\circ C$. 0,0305 gr H_2O , resten 0,1885 gr gaf efter glödning och afrykning med H_2SO_4 0,0395 gr $MgSO_4$ motsv. 0,0079 gr Mg.

I procent:		Beräknadt.		Funnet.	
$C_{22}H_{28}S_2N_2O_8$	— 512				
Mg	— 24	— 4,47	—	4,19	
	536				
$5H_2O$	— 90	— 14,37	—	13,92	
	626				



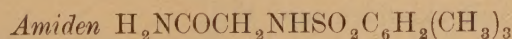
uppstår om, till en alkohollösning af syran sättes något conc. svafvelsyra och lösningen uppvärms på vattenbad. Estern bildas äfven vid inledandet af salpetersyrighet i en alkohollösning af syran. Den är löslig i alkohol och eter, kristalliserar ur alkohollösning i kubliknande kristaller, ur vattenlösning i rektangulära taflor. Smältpunkt $77^\circ C$.

Analys:

1) 0,48 gr af estern gaf vid förbränning med blykromat och syrgas 0,9585 gr CO_2 och 0,282 gr H_2O motsv. 0,2614 gr C och 0,03133 gr H.

2) 0,3435 gr gaf vid qväfvebestämning enligt DUMAS' metod 16 cc N vid 750 mm barometerstånd och $11^\circ C$. motsv. 0,01882 gr N.

I procent:		Beräknadt.		Funnet.	
C_{13}	— 156	— 54,74	—	54,45	
H_{19}	— 19	— 6,67	—	6,52	
S	— 32	— 11,23	—	—	
N	— 14	— 4,91	—	5,47	
O_4	— 64	— 22,45			
	285	100,00			



har erhållits genom att på vattenbad lösa etylestern af syran med conc. ammoniak. Amiden utfaller härvid såsom svårlöslig i vätskan. Den kristalliserar ur alkohollösning i kubliknande, ur vattenlösning i nålformiga kristaller, ganska svårlöslig i vatten och alkohol. Smältpunkt $167^\circ C$.

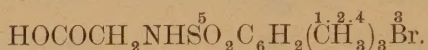
Analys:

0,211 gr af amiden gaf vid kväfvbestämning enligt DUMAS' metod 19 cc N vid 754 mm barometerstånd och 14° C. motsv. 0,02217 gr N.

I procent:		Beräknadt.		Funnet.	
$C_{11}H_{16}SO_3$	— 228				
N_2	— 28	— 10,93	—	10,50	
	256				

Försök hafva gjorts att framställa *kloriden* af syran. Vid behandlingen med PCl_5 inträdde en liflig reaktion. Produkten löstes i eter, hvarur kristaller erhöles, som vid torkning sönderdelades under utveckling af klorvätegas. Vid analys visade det sig, att klore nästan fullständigt afskilts och syran återstälts.

Brompseudocumolsulfonglycin



Sättes brom till en vattenslamning af sulfonglycinen, upptages en atom brom. Detta inträffar såväl vid vanlig temperatur isolljuset som vid vattenbadsvärme. Den upptagna bromatomen är med synnerlig fasthet bunden, låter ej afskilja sig genom längre kokning med kalihydrat, hvilket bevisar, att bromen inträdt såsom substituent för väte i benzolringen. I denna finnes med den för pseudocumolsulfonsyran antagna konstitutionen endast tvenne platser möjliga för bromens inträde, nämligen en ortoställning och en metaställning till sulfongruppen. Att bromen skulle intaga metaställningen kunde af hvad erfarenheten gifvit vid handen i dylika fall på förhand antagas såsom tämligen afgjort. Men för att få ytterligare bevis härpå har brompseudocumolsulfonglycin också framställts genom att kondensera glykokoll med brompseudocumolsulfonklorid, i hvilken bromen bevisligen intager metaställning till sulfongruppen. Den brompseudocumolsulfonglycin, som på denna väg erhållits, är identisk med den, som direkt erhållits vid bromeringen af sulfonglycinen. Den är svårlöslig i vatten, löslig i alkohol och eter. Utfälld ur ett salt t. ex. natrium- eller kaliumsaltet med klorvätesyra, kristalliserar den i nålar. Ur vattenlösning kristalliserar den i rektangulära taflo. Smältpunkt 170° C.

Brompseudocumolsulfonsyran, som af KELLE och PATHE ¹⁾ bevisats hafva bromen i metaställning till sulfongruppen, har enligt deras metod framställts genom att till 1 del sulfonsyra och 10 delar vatten sätta en beräknad mängd brom. Efter slutad reaktion frånfiltrerades den olösliga brompseudocumolen och filtratet behandlades med Na_2CO_3 , hvarefter det tämligen svårlösliga natriumsaltet utkristalliserade. Af detta framställdes sulfonkloriden med PCl_5 .

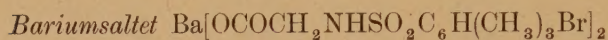
Vid bromering af pseudocumolsulfonglycin erhållas såsom sönderdelningsprodukter brompseudocumolsulfonamid och tribrompseudocumol, hvilka lätt skiljas från den bromsubstituerade sulfonglycinen genom deras olöslighet i K_2CO_3 .

¹⁾ Ber. 1886 (19) s. 1549.

Analys:

0,1175 gr af saltet afgaf vid 100° C. 0,0105 gr H₂O, resten 0,107 gr gaf efter glödning och afrykning med H₂SO₄ 0,0205 gr CaSO₄ motsv. 0,00602 gr Ca.

I procent:		Beräknadt.		Funnet.
C ₂₂ H ₂₆ Br ₂ S ₂ N ₂ O ₈	—	669,9	—	5,63
Ca	—	40	—	5,62
		709,6		
4H ₂ O	—	72	—	8,93
		781,6		

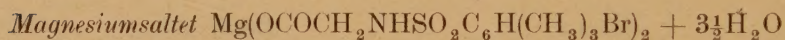


har framställts genom att sätta en BaCl₂-lösning till en lösning af syran, då det utkristalliserat i rektangulära taflor. Mycket svårlösligt.

Analys:

0,058 gr af saltat förändrades ej i vikt vid 120° C., gaf efter förbränning och afrykning med H₂SO₄ 0,017 gr BaSO₄ motsv. 0,00999 gr Ba.

I procent:		Beräknadt.		Funnet.
C ₂₂ H ₂₆ Br ₂ S ₂ N ₂ O ₈	—	669,6	—	16,97
Ba	—	137	—	17,22
		806,6		

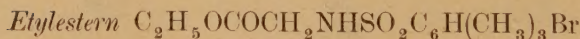


kristalliserar i tufformigt ordnade nålar, löses lätt i varmt vatten.

Analys:

0,136 gr af saltet afgaf vid 130° C. under smältning 0,0115 gr H₂O, resten 0,1245 gr gaf efter förbränning och afrykning med H₂SO₄ 0,0215 gr MgSO₄ motsv. 0,0043 gr Mg.

I procent:				
C ₂₂ H ₂₆ Br ₂ S ₂ N ₂ O ₈	—	669,6		
Mg	—	24	—	3,47
		693,6		3,45
3½H ₂ O		63	—	8,31
		756,6		8,45



har framställts genom att sätta något H₂SO₄ till en etylalkohollösning af syran och koka på vattenbad. Kristalliserar i nålar. Smältpunkt 88° C.

Analys:

0,2475 gr substans gaf efter förbränning med blykromat och syrgas 0,3915 gr CO₂ och 0,121 gr H₂O motsv. 0,10677 gr C och 0,01344 gr H.

I procent:			Beräknadt.		Funnct.
C ₁₃	—	156	—	42,88	43,13
H ₁₈	—	18	—	4,94	5,43
Br	—	79,8			
S	—	32			
N	—	14			
O ₄	—	64			
		363,8			



framställd af motsvarande etylester genom behandling med stark ammoniak, är svårslöslig i vatten, lättare löslig alkohol, kristalliserar i små nålar, smälter vid 206° C.

Analys:

0,128 gr substans gaf vaf vid kväfvbestämning enligt DUMAS' metod 9,3 cc N vid 758 mm barometerstånd och 15° C. motsv. 0,01074 gr N.

I procent:			Beräknadt.		Funnct.
C ₁₁ H ₁₅ BrSO ₃	—	306,8			
N ₂	—	28	—	8,36	8,39
		334,8			

Klorpseudocumolsulfonglycin



Med klor reagerar pseudocumolsulfonglycin på samma sätt som med brom. Det bildas nämligen dels klorsubstituerad sulfonglycin dels dennes sönderdelningsprodukt, sulfonamid.

Bästa resultatet har erhållits, då klor inledts i en vattenslamning af sulfonglycinen till full mättning utan uppvärmning och den mättade lösningen sedan fått stå under inverkan af solljuset, till dess kloreu upptagits. Härvid bildade klorpseudocumolsulfonglycin och klorpseudocumolsulfonamid äro mycket svårslösliga i vatten, hvarur den förre dock först utkristalliserar och kan på så sätt skiljas från den senare, som med svårighet kristalliserar ur detta lösningsmedel. Ur vattenlösningen kunna de ock skiljas genom upprepade omkristallisering och slamning. Enklarest borde de kunna skiljas genom deras olika förhållande till K₂CO₃-lösning, då den ene är en syra med lätt lösligt kaliumsalt och den andre en indifferent, svårslöslig förening; men med kaliumkarbonat har erhållits en tjock, mjölkfärgad lösning, som gått oren genom filtrum äfven efter flere dagars stående. Klorpseudocumolsulfonglycin smälter vid 150° C.

Hvad den substituerande kloratomens plats beträffar, gäller naturligtvis det samma, som antagits för förut nämnda bromderivat.

Analys:

1) 0,373 gr substans gaf efter förbränning enligt KLASONS metod 0,1825 gr AgCl motsv. 0,04524 gr Cl.

2) 0,444 gr substans gaf 0,3335 gr BaSO₄ och 0,218 gr AgCl motsv. 0,0458 gr S och 0,05404 gr Cl.

I procent:				Beräknadt.		Funnet.	
						I	II
C ₁₁	—	132	—				
H ₁₄	—	14	—				
Cl	—	35,5	—	12,17	—	12,12	12,16
S	—	32	—	10,09	—		10,31
N	—	14	—				
O ₄	—	64	—				
							291,5

Kalciumsaltet Ca(OCOCH₂NHSO₂C₆H(CH₃)₃Cl)₂ + H₂O

Ganska svårlöstligt, kristalliserar i små oregelbundna blad.

Analys:

0,1545 gr af saltet afgaf vid 100° C. 0,005 gr H₂O, återstoden 0,1495 gaf vid glödning och afrykning med H₂SO₄ 0,0325 gr CaSO₄ motsv. 0,00955 gr Ca.

I procent:				Beräknadt.		Funnet.	
C ₂₂ H ₂₉ Cl ₂ S ₂ N ₂ O ₈	—	581					
Ca	—	40	—	6,44	—	6,39	
							621
H ₂ O	—	18	—	2,81	—	3,21	
							639

Bariumsaltet Ba[OCOCH₂NHSO₂C₆H(CH₃)₃Cl]₂

erhålles, om en BaCl₂-lösning sättes till en lösning af syran. Mycket svårlösliga, små kristallfjäll.

Analys:

0,145 gr af saltet förändrades ej i vikt vid 120° C. och gaf 0,0465 gr BaSO₄ motsv. 0,02734 gr Ba.

I procent:				Beräknadt.		Funnet.	
C ₂₂ H ₂₆ Cl ₂ S ₂ N ₂ O ₈	—	581					
Ba	—	137	—	19,08	—	18,85	
							718

Magnesiumsaltet Mg(OCOCH₂NHSO₂C₆H(CH₃)₃Cl)₂ + 5½H₂O

löses tämligen lätt i kokande vatten, kristalliserar i tufformigt anordnade nålar.

Analys:

0,0955 gr af saltet förlorade vid 130° 0,0135 gr H₂O, resten 0,082 gaf vid förbränning och afrykning med H₂SO₄ 0,016 gr MgSO₄ motsv. 0,0032 gr Mg.

I procent:			Beräknadt.		Funnet.	
C ₂₂ H ₂₆ Cl ₂ S ₂ N ₂ O ₈	—	581	—	—	—	—
Mg	—	24	—	3,96	—	3,90
		605				
5½H ₂ O	—	99	—	14,07	—	14,13
		704				

Etylestern C₂H₅OCOCH₂NHSO₂C₆H(CH₃)₃Cl

har erhållits genom att till en alkohollösning af syran sätta något conc. H₂SO₂ och uppvärma på vattenbad, är svårslöslig i vatten, kristalliserar i små nålar. Smältpunkt 84° C.

Analys:

0,1685 gr substans gaf vid förbränning med blykromat och syrgas 0,298 gr CO₂ och 0,0895 gr H₂O motsv. 0,08127 gr C och 0,00994 gr. H.

I procent:			Beräknadt.		Funnet.	
C ₁₃	—	156	—	48,82	—	48,23
H ₁₈	—	18	—	5,63	—	5,89
Cl	—	35,5				
S	—	32				
N	—	14				
O ₄	—	64				
		319,5				

Klorpseudocumolsulfonamid



Framställningssättet har redan ofvan blifvit omnämndt. Den är svårslöslig i vatten, hvarur den kristalliserar i fina nålar, lätt löslig i alkohol. Smältpunkt 182° C.

Analys:

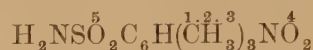
1) 0,135 gr substans gaf vid qväfvebestämning enligt DUMAS' metod 6,6 cc N vid 750 mm barometerstånd och 12° C. motsv. 0,00773 gr N.

2) 0,086 gr substans gaf vid förbränning enligt KLASONS metod 0,086 gr BaSO₄ motsv. 0,0118 gr S.

3) 0,1155 gr substans gaf vid förbränning enligt samma metod 0,1175 gr BaSO₄ och 0,072 gr AgCl motsv. 0,01613 gr S och 0,01784 gr Cl.

I procent:			Beräknadt.			Funnet.			III
						I	II		
C ₉	—	108							
H ₁₂	—	12							
Cl	—	35,5	—	15,20	—	—	—	—	15,44
S	—	32	—	13,70	—	—	13,72	—	13,96
N	—	14	—	5,99	—	5,72			
O ₂	—	32	—						
		233,5							

Nitropseudocumolsulfonamid



Af conc. salpetersyra ensamt eller tillsammans med något svafvelsyra sönderdelas pseudocumolsulfonglycin på det sätt, att ättiksyredelen afskiljes och qväfvet förblifver bundet vid sulfongruppen, medan samtidigt NO₂ ingår såsom substituent för väte i benzolringen. Den smörjiga produkt, som sålunda vid reaktionen erhållits, har behandlats med bariumhydrat och lösningen därefter med CO₂, hvarpå ur filtratet efter erforderlig koncentration utkristalliserat fina nålar, som äro lätt lösliga i alkohol, svårare lösliga i vatten. Smältpunkt 155° C.

Analys:

1) 0,1225 gr substans gaf vid qväfvebestämning enligt DUMAS' metod 12 cc N vid 756 mm barometerstånd och 19° C. motsvarande 0,01372 gr N.

2) 0,0785 gr substans gaf vid svafvelbestämning enligt KLASONS metod 0,0765 gr BaSO₄ motsv. 0,0105 gr S.

I procent:			Beräknadt.			Funnet.		
						I	II	
C ₉	=	108	—					
H ₁₂	—	12	—					
N ₂	—	28	—	11,47	—	11,20		
S	—	32	—	13,11	—	—	—	13,36
O ₄	—	64	—					
		244						

Något nitroderivat af osönderdelad pseudocumolsulfonglycin har ej genom direkt nitring kunnat erhållas.

Pseudocumolsulfonnitrosylglycin



Detta derivat har framställts genom att inleda salpetersyrlighet i en eterlösning af sulfonglycinen till full mättnad. För att förhindra eters afdunstning under operationen har kolfven med eterlösningen försetts med ett uppåtvänt kylrör.

Efter reaktionens slut fick etern afdunsta, då nitrosylderivatet afsatte sig i nålför-
miga kristaller. Dessa tvättades med kallt vatten och torkades i-exsiccator,

Äfven andra försök ha gjorts för att framställa nitrosylderivatet, men utan
framgång. Behandlas sulfonglycinen i en vattenslamning eller vattenlösning med
HONO eller NaONO och $H_2O_2SO_2$, sker ingen inverkan. Orsaken till att nitroso-
fireringen så lätt erhålles vid användande af eterlösning, men alls icke vid användande
af vattenlösning, kan ej vara den, att pseudocumolsulfonglycin är löslig i eter och
svårslig i vatten, utan det olika resultatet vid de olika lösningsmedlen kan möjligen
bero derpå, att vid användande af eter den vid reaktionen utvecklade värmen hål-
les inom tillbörliga gränser, ty å ena sidan är nitrosoföreningen mycket ömtålig för
högre temperatur, börjar att sönderdelas redan mellan 50° — 60° , å andra sidan har
äfven af toluolsulfonglycin med lätthet erhållits en nitrosoförening ¹⁾ vid inledande af
salpetersyrighet i en eterslamning af sulfonglycinen, oaktadt såväl toluolsulfongly-
cinen som dess nitrosoförening i ringa mängd lösas i eter.

Anmärkningsvärdt är, att hippursyran i eterslamning ej på något sätt förändras
af salpetersyrighet. Detta har genom analys och smältpunktbestämning undersökts.

Analys:

1) 0,295 gr substans gaf vid förbränning med blykromat och syrgas 0,497 gr
 CO_2 och 0,1525 gr H_2O motsv. 0,13554 gr C och 0,01694 gr H.

2) 0,2015 gr substans gaf vid förbränning enligt KLASONS metod 0,1695 gr $BaSO_4$
motsvarande 0,023327 gr S.

3) 0,295 gr substans gaf vid kväfvbestämning enligt DUMAS' metod 23 cc N
vid 766 mm barometerstånd och 13° C. motsv. 0,0274 gr N.

I procent:			Beräknadt			Funnet.		
						I	II	III
C_{11}	—	132	—	46,15	—	45,94	—	—
H_{14}	—	14	—	4,90	—	5,74	—	—
S	—	32	—	11,19	—	—	11,54	—
N_2	—	28	—	9,79	—	—	—	9,28
O_5	—	80	—	27,97	—	—	—	—
		286		100,00				

Nitrosylderivatet är mycket svårsligt i kallt vatten, lätt lösligt i alkohol och
eter, smälter vid 180° grader under våldsam pösning och brunfärgning, är mycket obe-
ständigt. Vid försök att lösa det i vatten på vattenbad, sönderdelas det på det sätt,
att nitrosylradikalen afskiljes och pseudocumolsulfonglycin återställes. I kallt vatten
undergår det ingen förändring äfven efter en längre tids behandling med detsamma.

Vid en temperatur emellan 50° — 60° C. förlorade en afvägd mängd af nitro-
sylderivatet i vikt, utan att det till färgen förändrades. Vid analys af ett vid denna
temperatur längre tid torkadt prof erhöles 6,38 % N, under det att för nitrosyleri-
vatet beräknats 9,79 % och för sulfonglycinen 5,44 %.

¹⁾ Sid. 13 i WALLINS afhandling Om Toluolsulfonglycin. Lunds Univ. Årsskr. Tom XXVIII

Nitrosylderivatet har underkastats åtskilliga reduktionsförsök, alla utan åsyftad följd. Alltid har det visat sig att nitrosylradikalen afskilts och sulfonglycinen återställts.

Genom sin obeständighet öfverensstämmer detta nitrosylderivat med liknande derivat af syreaniliderna. Ty äfven dessas nitrosoföreningar afspalta nitrosylradikalen vid behandling med reduktionsmedel.

Kalium- och *natriumsalterna*, framställda genom att till lösningar af kalium- och natriumkarbonat sätta öfverskott af syran, äro ytterst lösliga i såväl vatten som alkohol. Lämnas saltlösningarna att frivilligt afdunsta, erhålles en sirupslik produkt, som sedan stelnar till en glaslik, amorf massa. Ur dessa salt kan nitrosoderivatet oförändradt utfällas med HCl.



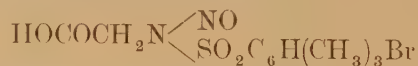
erhålles af sulfonglycinylestern efter samma metod som sulfonnitrosylglycin af sulfonglycin nämligen genom att inleda salpetersyrighet i en eterlösning af sulfonglycinylestern.

Analys:

0,2575 gr af estern gaf vid kväfvbestämning enligt DUMAS' metod 19,5 cc N vid 760 mm barometerstånd och 19° C. motsvarande 0,02242.

I procent:		Beräknadt.		Funnet.	
$C_{13}H_{18}SO_5$	—	286			
N_2	—	28	—	8,91	—
		314			8,70

Brompseudocumolsulfonnitrosylglycin



framställes af brompseudocumolsulfonglycin efter samma metod som förut nämnda nitrosoföreningar. Kristalliserar ur eter i tufformigt anordnade nålar. Smältpunkt 126° C.

Analys:

0,167 gr substans gaf 11 cc N vid 760 mm barometerstånd och 13° C. motsvarande 0,013 gr N.

I procent:		Beräknadt.		Funnet.	
$C_{11}H_{13}BrSO_5$	—	336,8			
N_2	—	28	—	7,67	—
		364,8			7,78



är ganska lösligt, kristalliserar i fina nålar.

Analys:

0,103 gr af saltet förlorade vid torkning allttjämt i vikt, tills slutligen efter tre dagar konstant vikt erhöles vid 160°. Att härvid jämte vatten salpetersyrighet bortgick, bevisade den brunfärgning, som saltet antog. Hade saltet varit vattenfritt skulle viktsförlusten varit 7,75 % af afgifven NO, men nu var viktsförlusten 0,0355 gr eller 34,46 %, således betydligt med kristallvatten. Resten 0,0675 gr gaf efter glödning och afrykning med svafvelsyra 0,0135 gr Na₂SO₄ motsv. 0,00437 gr Na och i procent 6,45 %, hvilket tal stämmer med Na-halten i det vattenfria natrium-saltet af brompseudocumolsulfonglycin med beräknadt 6,42 % Na. NO-radikalen har således fullständigt afskiltts tillsammans med kristallvattnet.

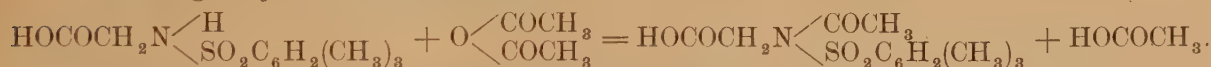
Pseudocumolsulfonacetylgin



Under förhoppning att möjligen erhålla en adhydrid



motsvarande den af WALLIN beskrifna ditoluol—p—sulfondiacidihydriazin behandlade jag pseudocumolsulfonglycin med acetanhydrid. Jag har emellertid härvid trots varierande försök ej lyckats på denna väg framställa en dylik anhydrid, utan jämte sönderdelningsprodukter har erhållits en förening, som enklast och naturligast kan uppfattas såsom en sulfonglycin med imidvätet utbytt mot radikalen acetyl och bildats enligt följande reaktionsformel:



Betingelserna för denna förenings bildande synas vara, att acetanhydriden får tillräckligt länge och vid en ej alltför hög temperatur inverka på sulfonglycinen.

Lämpligast har förfarits, då en kolf med acetanhydrid och pseudocumolsulfonglycin, ett par gånger uppvärmd på vattenbad och därefter tillsluten, ställts på ett torkskåp, där temperaturen hållit sig omkring 37° C. Efter några dagar, då kristaller börjat afsätta sig ur lösningen, har denna gjutits i en öppen skål och lämnats att vid rumstemperatur afdunsta. Genom tvättning med vatten befrias de afsatta kristallerna från färgade och lättlösliga sönderdelningsprodukter. Vid behandling med kaliumkarbonat går acetylderivatet i lösning såsom kaliumsalt och olöst kvarstannar en förening, som jag ej hunnit närmare undersöka, men om hvilken det dock här må nämnas, att den ej innehåller kväfvä och således ej är ett piazinderivat. Den är olöslig i vatten och eter, löses lätt i conc. ättiksyra och kristalliserar härur i kvadratformiga taflor.

Sättes saltsyra till kaliumsaltlösningen af acetylderivatet, faller detta ögonblickligen ut som en mjölklik fällning, som så småningom öfvergår till gruppvis anordnade, otydligt utbildade kristaller. Det är svårslösligt i vatten och eter, löses lättare i alkohol, smälter vid 158° C. under brunfärgning och häftig pösning. Kokas det

med kali eller saltsyra, afspaltas acetylradikalen och sulfonglyceinen återställes. Samma sönderdelning undergår det äfven vid längre kokning med vatten. Sulfonglyceinen igenkännes lätt på smältpunkt och kristallform.

Analys:

1) 0,237 gr substans gaf vid förbränning med blykromat och syrgas 0,4525 gr CO_2 och 0,1325 H_2O motsv. 0,1234 gr C. och 0,01471 gr H.

2) 0,1895 gr substans gaf vid qväfvebestämning enligt DUMAS' metod 7,6 cc N vid 766 mm barometerstånd och 14° C. motsv. 0,00901 gr N.

3) 0,18 gr substans gaf vid svafvelbestämning enligt KLASONS metod 0,134 gr BaSO_4 motsv. 0,0184 gr S.

I procent:			Beräknadt.			Funnet.		
						I	II	III
C_{13}	—	156	—	52,18	—	52,07		
H_{17}	—	17	—	5,69	—	6,20		
N	—	14	—	4,68	—		4,75	
S	—	32	—	10,70	—			10,22
O_5	—	80	—	26,75	—	(26,76)		
			299	—	100,00	—	100,00	

Kaliumsaltet, framställt genom att till en lösning af kaliumkarbonatet sätta syran i öfverskott, har ej kunnat erhållas kristalliniskt, öfvergår vid lösningens indunstning till en sirupslik massa, är lösligt i både vatten och alkohol. Ej heller hafva natrium-, kalcium- och bariumsalterna kristalliserat. Sättas dessa metallers karbonater till en lösning af syran, lösas de under kolsyreutveckling.



har framställts genom att till en alkohollösning af syran sätta några droppar conc. svafvelsyra och uppvärma på vattenbad. Efter tillsats af vatten och afdunstning af öfverskottet af alkohol utkristalliserade estern i nålar. Smältpunkt 90° C.

Analys:

0,138 gr substans gaf vid förbränning med blykromat och syrgas 0,276 gr CO_2 och 0,086 gr H_2O motsv. 0,07527 gr C. och 0,00955 gr H.

I procent:			Beräknadt.			Funnet.	
C_{15}	—	180	—	55,04	—	54,54	
H_{21}	—	21	—	6,42	—	6,92	
N	—	14					
S	—	32					
O_5	—	80					
			327				

Pseudocumolsulfonglycinylglycin

Vid synthesis af pseudocumolsulfonglycin erhålles en biprodukt, som kan tänkas hafva uppkommit enligt reaktionsformeln:



Den bildas i ringa mängd, hvarför den i början, då framställningen af sulfonglycinen skedde i mindre skala, förbisågs. Så t. ex. erhöles af vid reaktionen använda 45 gr sulfonklorid 2,7 gr af biprodukten.

Såsom olöslig i eter är den emellertid lätt att skilja från sulfonglycinen själf, som lätt löses i nämnda lösningsmedel. Den utfaller tillsammans med sulfonglycinen vid tillsats af klorvätesyra till den vid reaktionen bildade saltlösningen af syrorna. Så snart fällningen stelnat, frånfiltreras den, torkas och skakas med eter i en kolf, då biprodukten stannar olöst. Utfälld med klorvätesyra ur en ej allt för utspädd lösning af t. ex. kaliumsaltet, kristalliserar den nästan ögonblickligen ut i små fina nålar. Den är svårare löslig i vatten än sulfonglycinen. Kokad några timmar med kalihydratlösning eller med conc. saltsyra, sönderdelas den på det sätt, att en mol. glykokoll afspaltas och sulfonglycinen återställes. Den senare igenkännes på smältpunkt och kristallform. Med vatten har den behandlats vid vattenbads temperatur under två dagar utan att förändras. Den svärtas och smälter vid 211° C.

En analog förening är den af CURTIUS¹⁾ upptäckta hippurylglykokollen,



som är af intresse bland annat därför, att den jämte hippursyran bildas vid dennas framställning af benzoylklorid och glykokollsilfver, liksom glykokollderivatet af sulfonglycinen erhålles såsom biprodukt vid dennes framställning af pseudocumolsulfonklorid och glykokoll vid närvaro af alkali.

Såväl hippurylglykokollen som pseudocumolsulfonglycinylglycinen måste tänkas hafva uppkommit därigenom, att i ena fallet hippursyran, i andra pseudocumolsulfonglycinen på ett eller annat sätt trädte i reaktion med en molekul glykokoll under förlust af en molekul vatten.

Hvad hippurylglykokollen beträffar, har CURTIUS antagit följande reaktionsförlopp. Af benzoylklorid och glykokollsilfver har det först bildats hippursyra och klorsilfver, på hippursyran har sedan en ny portion benzoylklorid inverkat under bildning af hippurylklorid och benzoesyra, af hippurylklorid och glykokollsilfver har slutligen uppstått hippurylglykokoll. Denna uppfattas således såsom en glykokoll, där en väteatom i amiddelen är ersatt af radikalen hippuryl. CURTIUS har dock äfven tänkt sig möjligheten att uppfatta den såsom en amidoacetylhippursyra,



d. v. s. en hippursyra med imidgruppens väte ersatt af radikalen amidoacetyl. Men

¹⁾ Jour. fr. pr. Chem. N. F. 26 s. 145—208.

det senare anser han ej troligt på grund däraf, att det ej lyckats få hippursyrans imidväte utbytt mot benzoyl, icke ens då reaktionsförhållandena för ett sådant utbyte varit synnerligen gynnsamma.

Motsvarande derivat af pseudocumolsulfoglycinen skulle enligt de olika uppfattningssätten skrivas antingen



eller



Den senare formeln antog jag först vara den riktiga på grund af den öfverensstämmelse, som därigenom skulle erhållas med den antagna constitutionen af sulfoglycinen nitrosyl- och acetylderivat. Vid behandling med salpetersyrighet skulle man i så fall vänta, att NH_2 utbyttes mot OH enligt följande reaktionsformel:



Men då det nu visade sig, att med salpetersyrighet erhöles ett nitrosoderivat, måste formeln skrivas



och reaktionsformeln vara:



Analys:

1) 0,1245 gr substans gaf vid förbränning med blykromat och syrgas 0,2295 gr CO_2 och 0,0645 gr H_2O motsv. 0,06259 gr C och 0,00716 gr H.

2) 0,14 gr substans gaf 0,2525 gr CO_2 och 0,0735 gr H_2O motsv. 0,06886 gr C och 0,00816 gr H.

3) 0,11 gr substans gaf vid qväfvebestämning enligt DUMAS' metod 8,8 cc N vid 762 mm barometerstånd och 13° C. motsv. 0,01042 gr N.

4) 0,112 gaf 9 cc N vid 746 mm barometerstånd och 13° C. motsv. 0,01043 gr N.

5) 0,0815 gr substans gaf vid svafvelbestämning enligt KLASONS metod 0,059 gr BaSO_4 motsv. 0,0081 gr S.

6) 0,124 gr substans gaf 0,092 gr BaSO_4 motsv. 0,01263 gr. S.

I procent:

					Funnet.					
					I	II	III	IV	V	VI medium
Beräknadt.										
C_{13}	—	156	—	49,68	—	50,27—49,18				49,59
H_{18}	—	18	—	5,73	—	5,75—5,82				5,78
N_2	—	28	—	8,92	—		9,47—9,31			9,39
S	—	32	—	10,19	—				9,93—10,18	10,05
O_2	—	80	—	25,48	—					25,19
		314	—	100,00						100,00

Kaliumsaltet $\text{KOCOCH}_2\text{NHCOCH}_2\text{NHSO}_2\text{C}_6\text{H}_2(\text{CH}_3)_3$

är mycket lösligt i vatten, svårare lösligt i alkohol, hvarur det kristalliserar i aflånga, sexsidiga taflor.

Analys:

0,1825 gr af saltet förändrades ej i vikt vid 150°C ., gaf efter glödgning och afrykning med H_2SO_4 0,045 gr K_2SO_4 motsv. 0,0202 gr K.

I procent:		Beräknadt.		Funnet.	
$\text{C}_{13}\text{H}_{17}\text{N}_2\text{SO}_5$	—	313			
K	—	39,1	—	11,14	—
		352,1			11,06

Kalciumsaltet $\text{Ca}[\text{OCOCH}_2\text{NHCOCH}_2\text{NHSO}_2\text{C}_6\text{H}_2(\text{CH}_3)_3]_2 + 2\text{H}_2\text{O}$

har framställt genom att låta en lösning af syran digerera på vattenbad med kalciumkarbonat. Ur den koncentrerade lösningen utkristalliserade det i små glänsande fjäll.

Analys:

0,115 gr af saltet förlorade vid 130°C 0,006 gr H_2O , resten 0,109 gaf efter glödgning och afrykning med H_2SO_4 0,024 gr CaSO_4 motsv. 0,00705 gr Ca.

I procent:		Beräknadt.		Funnet.	
$\text{C}_{26}\text{H}_{34}\text{N}_4\text{S}_2\text{O}_{10}$	—	626			
Ca	—	40	—	6,00	—
		666			6,46
$2\text{H}_2\text{O}$	—	36	—	5,12	—
		702			5,21

Bariumsaltet $\text{Ba}[\text{OCOCH}_2\text{NHCOCH}_2\text{NHSO}_2\text{C}_6\text{H}_2(\text{CH}_3)_3]_2$

har framställt genom att lösa syran i bariumhydratlösning, fälla öfverskottet af barium med kolsyra, koka och frånfiltrera bariumkarbonatet. I filtratet afsätter sig efter dess koncentrering en hvit flockig fällning af bariumsaltet.

Analys:

0,132 gr af saltet gaf efter glödgning och afrykning med H_2SO_4 0,04 gr BaSO_4 motsv. 0,02351 gr Ba.

I procent:		Beräknadt.		Funnet.	
$\text{C}_{26}\text{H}_{34}\text{N}_4\text{S}_2\text{O}_{10}$	—	626			
Ba	—	137	—	17,95	—
		763			17,81

Etylestern $\text{C}_2\text{H}_5\text{OCOCH}_2\text{NHCOCH}_2\text{NHSO}_2\text{C}_6\text{H}_2(\text{CH}_3)_3$

har framställt genom att till en alkohollösning af syran sätta något conc. svafvelsyra och låta lösningen digerera på vattenbad. Efter tillsats af vatten och afdunstning af öfverskottet af alkohol erhöles estern i bladformiga kristaller. Smältpunkt 136°C .

Analys:

1) 0,1135 gr substans gaf vid förbränning med blykromat och syrgas 0,219 gr CO_2 och 0,073 gr H_2O motsv. 0,05972 gr C och 0,00811 gr H.

2) 0,1135 gr gaf efter kväfvebestämning enligt DUMAS' metod 8,2 cc N vid 764 mm barometerstånd och 16° motsv. 0,00961 gr N.

I procent:			Beräknadt.			Funnet.	
						I	II
C_{15}	—	180	—	52,63	—	52,61	
H_{22}	—	22	—	6,43	—	7,14	
N_2	—	28	—	8,19	—	—	8,46
S	—	32	—	9,36	—		
O_5	—	80	—	23,39	—		
		342	—	100,00			



framställd genom att koka etylestern med conc. ammoniak, utkristalliserar vid lösningens afsvälning i fina nålar, som lösas tämligen lätt i kokande vatten och smälta vid 170°C .

Analys:

0,127 gr af amiden gaf vid kväfvebestämning enligt DUMAS' metod 14,6 cc N vid 756 mm barometerstånd och 18°C motsv. 0,01676 gr N.

I procent:			Beräknadt.			Funnet.	
$\text{C}_{13}\text{H}_{19}\text{SO}_4$	—	271					
N_3	—	42	—	13,41	—	13,19	
		313					

Pseudocumolsulfonglycinylnitrosylglycin.



Denna förening bildas, om salpetersyrighet inledes i en vattenlösning af pseudocumolsulfonglycinylglycin till full mättning. Då under reaktionen värmen stegras, har för förebyggande af söndelning kolfven med lösningen ställts i en skål med kallt vatten. Vid lösningens afsvälning afsätta sig genast mycket fina, nålformiga kristaller, som fränfiltrerats, tvättats med vatten och torkats. För att få en för analys fullkomligt ren substans hafva de torkade kristallerna ånyo uppslammats i vatten, tvättats och torkats. Smältpunkt 128°C .

Ur kaliumsaltlösningen fälles syran vid tillsats af klorvätesyra ögonblickligen ut som en geléartad massa, som så småningom bliver kristallinisk.

Då pseudocumolsulfonglycin i vattenlösning ej med salpetersyrighet gifver något nitrosylderivat, är det ej anledning att antaga, att i pseudocumolsulfonglycinylglycinen vätet i imidgruppen närmast sulfurylen skulle vid liknande behandling utbytas mot nitrosyl.

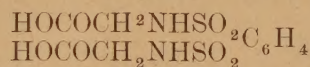
Analys:

0,1075 gr substans gaf vid qväfvebestämning enligt DUMAS' metod 11,4 cc N vid 760 mm barometerstånd och 19° C. motsv. 0,013105 gr N.

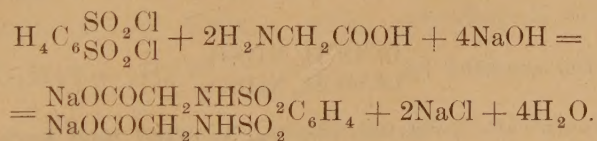
I procent:			Beräknadt.		Funnet.	
C ₁₃	—	156				
H ₁₇	—	17				
N ₃	—	42	—	12,24	—	12,18
S	—	32				
O ₆	—	96				
		343				

I likhet med monosulfonklorider af aromatiska kolväten reagera disulfonklorider med glycin. Reaktionen går dock vid de senare betydligt trögare och de framställda *disulfondiglycinerna* äro mycket lösliga, under det att *monosulfonglycinerna* äro svårlösliga i vatten.

Metabenzoldisulfondiglycin.



Metoden för framställningen af denna syra har varit den samma som för framställningen af monosulfonglyciner. Metabenzoldisulfonklorid sättes till en lösning af glykokoll och natronhydrat enligt följande reaktionsformel:



Reaktionen går mycket långsamt. Sedan efter ett par dagars digererering på vattenbad all klorid blifvit löst och reaktionen afslutad, har tillsatts en med det vid reaktionen använda natrium equivalent mängd svafvelsyra. Efter erforderlig koncentration af lösningen utkristalliserade metabenzoldisulfondiglycinen i små nålar, som äro mycket lätt lösliga i vatten och alkohol, olösliga i eter. Smältpunkt 188° C.

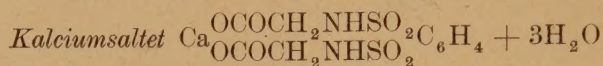
Analys:

1) 0,287 gr substans gaf vid förbränning med kromsyrad blyoxid och syrgas 0,362 gr CO₂ och 0,108 gr H₂O motsv. 0,09872 gr C och 0,012 gr H.

2) 0,352 gr substans gaf vid qväfvebestämning enligt DUMAS' metod 24 cc N vid 754 mm barometerstånd och 16° C. motsv. 0,02775 gr N.

I procent:			Beräknadt.			Funnet.	
						I	II
C ₁₀	—	120	—	34,09	—	34,39	
H ₁₂	—	12	—	3,41	—	4,18	
N ₂	—	28	—	7,96	—	—	7,88
S ₂	—	64	—	18,18	—	—	—
O ₈	—	128	—	36,36	—	—	—
		352	—	100,00			

Alkalisalterna äro mycket lösliga, svåra att få kristalliserade.



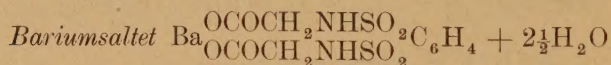
löses lätt i varmt vatten, afsätter sig ur den koncentrerade lösningen i otydligt utbildade kristaller.

Analys:

1) 0,155 gr af saltet afgaf vid 140° C. 0,0175 gr H₂O, resten 0,1375 gr gaf efter glödning och afrykning med H₂SO₄ 0,0495 gr CaSO₄ motsv. 0,01457 gr Ca.

2) 0,1495 gr af saltet afgaf vid 170° C. 0,017 gr H₂O, resten 0,1325 gr gaf efter glödning och afrykning med H₂SO₄ 0,0475 gr CaSO₄ motsv. 0,01397 gr Ca.

I procent:			Beräknadt.			Funnet.	
						I	II
C ₁₀ H ₁₀ S ₂ N ₂ O ₈	—	350					
Ca	—	40	—	10,25	—	10,58	10,54
		390					
3H ₂ O	—	54	—	12,16	—	11,29	11,37
		444					



har framställts genom att koka en lösning af syran med bariumkarbonat. Efter lösningens koncentrering afsätter saltet sig i små otydliga kristaller.

Analys:

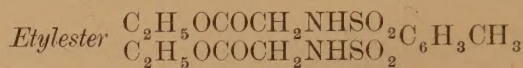
0,1175 gr af saltet förlorade kristallvattnet 0,01 gr redan vid 100° C., resten 0,1075 gaf vid glödning och afrykning med H₂SO₄ 0,0505 gr BaSO₄ motsv. 0,02969 gr Ba.

I procent:			Beräknadt.			Funnet.	
C ₁₀ H ₁₀ S ₂ N ₂ O ₈	—	350					
Ba	—	137	—	28,13	—	27,61	
		487					
2½H ₂ O	—	45	—	8,45	—	8,51	
		532					

Analys:

0,252 gr af saltet afgaf vid 130° C. 0,027 gr H₂O, resten 0,225 gaf vid glödning och afrykning med H₂SO₄ 0,1045 gr BaSO₄ motsv. 0,06144 gr Ba.

I procent:			Beräknadt.		Funnet.
C ₁₁ H ₁₂ S ₂ N ₂ O ₈	—	364	—	—	—
Ba	—	137	—	27,34	—
		501			27,30
3½H ₂ O	—	63	—	11,17	—
		564			10,71

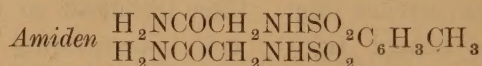


kristaller i korta nålformiga. Smältpunkt 100° C.

Analys:

0,1795 gr gaf vid förbränning med blykromat och syrgas 0,276 gr CO₂ och 0,097 gr H₂O motsv. 0,07504 gr C och 0,01077 gr H.

I procent:			Beräknadt.		Funnet.
C ₁₅	—	180	—	42,65	—
H ₂₂	—	22	—	5,21	—
S ₂	—	64			6,00
N ₂	—	28			
O ₈	—	128			
		422			



erhålles genom att behandla estern af syran med stark ammoniak under uppvärmning. Den kristalliserar ur alkohollösning i fina nålar. Smältpunkt 197° C.

Analys:

0,2435 gr substans gaf vid kväfvbestämning enligt DUMAS' metod 30,4 cc N vid 782 mm barometerstånd och 14° C. motsv. 0,036821 gr N.

I procent:			Beräknadt.		Funnet.
C ₁₁ H ₁₆ S ₂ O ₆	—	308	—	—	—
N ₄	—	56	—	15,38	—
		364			15,12

Till Herr Professor C. W. BLOMSTRAND vill jag härmed uttala min innerliga tacksamhet för det välvilliga intresse, han visat för dessa mina undersökningar och de värdefulla råd och upplysningar, med hvilka han därunder bistått mig.